



(19)

(11) Publication number:

06154591 A

Generated Document.

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(21) Application number: 04332446

(51) Intl. Cl.: B01J 20/00 G01N 30/48

(22) Application date: 18.11.92

(30) Priority: (43) Date of application publication: 03.06.94 (84) Designated contracting states:	(71) Applicant: TORAY DOW CORNING SILICONE CO LTD (72) Inventor: IWAI AKIRA SHIMAZU SHOGO UEMATSU TAKAYOSHI (74) Representative:
---	--

**(54) OPTICAL ISOMER
RESOLVING AGENT AND
MANUFACTURE OF THE SAME**

(57) Abstract:

PURPOSE: To provide an optical isomer resolving agent having good resolving power for a mixture of various kinds of optical isomers and a method for making the agent.

CONSTITUTION: An optical isomer resolving agent is composed of an inorganic laminar compound (A) selected from sodium hectolite, β -zirconium phosphate, and hydrotalcite and an optically active organic compounds (B) having an asymmetric carbon atom linked to a cationic or anionic group selected from (R)-1-phenylethylamine hydrochloride and sodium (S)-1-phenylpropionate. The optical isomer resolving agent characterized by containing the organic compound (B) and the optically active organic compound (B) having the asymmetric carbon atom linked to a cationic or anionic group are intercalated between the layers of the inorganic laminar compound (A).

COPYRIGHT: (C)1994,JPO&Japio

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-154591

(43)公開日 平成6年(1994)6月3日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 0 1 J 20/00		7202-4 G		
G 0 1 N 30/48	W	8310-2 J		

審査請求 未請求 請求項の数3(全 7 頁)

(21)出願番号	特願平4-332446	(71)出願人	000110077 東レ・ダウコーニング・シリコン株式会社 東京都中央区日本橋室町2丁目3番16号
(22)出願日	平成4年(1992)11月18日	(72)発明者	岩井 亮 千葉県市原市西広35番地1
		(72)発明者	島津 省吾 千葉県千葉市若葉区御成台3-3-7
		(72)発明者	上松 敬禧 東京都墨田区八広6-39-10

(54)【発明の名称】 光学異性体分割剤およびその製造方法

(57)【要約】

【目的】 各種の光学異性体混合物に対して、良好な光学異性体分割能を有する光学異性体分離剤およびその製造方法を提供する。

【構成】 (A)ナトリウムヘクトライト、 γ -リン酸ジルコニウム、ハイドロタルサイト等の無機層状化合物と(B)(R)-1-フェニルエチルアミン塩酸塩、(S)-1-ナフチルエチルアミン塩酸塩、(R)-1-フェニルプロピオン酸ナトリウム等のカチオン性基またはアニオン性基に結合する不斉原子を有する光学活性な有機化合物からなる光学異性体分割剤であって、該(A)無機層状化合物の層間に該(B)有機化合物を含有することを特徴とする光学異性体分割剤および(A)無機層状化合物に(B)カチオン性基またはアニオン性基に結合する不斉原子を有する光学活性な有機化合物をインターカレーションすることを特徴とする光学異性体分割剤の製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A)無機層状化合物と(B)カチオン性基またはアニオン性基に結合する不斉原子を有する光学活性な有機化合物からなる光学異性体分割剤であって、該(A)無機層状化合物の層間に該(B)有機化合物を含有することを特徴とする光学異性体分割剤。

【請求項2】 (A)無機層状化合物に(B)カチオン性基またはアニオン性基に結合する不斉原子を有する光学活性な有機化合物をインターカレーションすることを特徴とする光学異性体分割剤の製造方法。

【請求項3】 (A)成分のイオン交換容量が0.1ミリ当量/g以上であることを特徴とする請求項2記載の光学異性体分割剤の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、光学異性体分割剤およびその製造方法に関し、詳しくは、各種の光学異性体混合物に対して、良好な光学異性体分割能を有する光学異性体分割剤およびその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、光学異性体混合物の光学分割は、医薬品、農薬、食品添加剤等の分野で非常に重要な技術となっている。光学異性体混合物を光学分割する方法としては、例えば、(1)機械的分離法：光学異性体混合物を自然分晶し、得られた結晶を機械的に選別して光学分割する方法；(2)優先晶出法：いずれか一方の光学異性体の結晶を種として接種し、接種したほうのエナンチオマーのみを優先的に晶出させて光学分割する方法；(3)ジアステレオマー法：光学異性体混合物に光学分割剤を反応させ、生成するジアステレオマーの物理特性の差を利用して光学分割する方法；(4)発酵法および酵素法：微生物の消化機能や酵素の不斉加水分解作用を利用して光学分割する方法；(5)不斉構造を有する光学異性体分割剤により光学分割する方法が挙げられる。

【0003】しかし、上記(1)機械的分離法、(2)優先晶出法および(3)ジアステレオマー法は、操作が煩雑で、光学分割の条件決定に時間がかかり、また特定の光学異性体混合物の光学分割にしか適用できないという問題点があった。また、上記(4)発酵法および酵素法は、微生物や酵素の管理が困難であり、また特定の光学異性体の光学分割にしか適用できないという問題があった。

【0004】これに対して、上記(5)不斉構造を有する光学異性体分割剤により光学分割する方法は、操作が簡単で、光学異性体混合物を容易に光学分割することができるという利点がある。これに使用する光学異性体分割剤の具体例としては、シリカ担体の表面に光学活性な有機基を化学結合してなる光学異性体分割剤が挙げられる。また、シリカ以外の担体からなる光学異性体分割剤としては、山岸による、層状粘土化合物に光学活性な金属錯体化合物をインターカレーション (intercalatio

n：層状構造を有する物質の層間に分子、原子やイオンを挿入する反応)してなる光学異性体分割剤が挙げられる [インオーガニック ケミストリー (Inorganic Chemistry), 25巻, 55頁, 1986年]。

【0005】しかし、シリカ担体からなる光学異性体分割剤は、その製造が困難であり、また光学分割する光学異性体混合物の種類または構造が限定されるという問題があった。一方、山岸により報告された光学異性体分割剤は、その用途が金属錯体の光学分割に限定されるという問題があった。また、この光学異性体分割剤の製造方法は、層状粘土化合物の層間に導入する化合物の種類が光学活性な金属錯体に限られ、またこの光学活性な金属錯体を合成および精製することが非常に困難で、その調製に高度な技術を必要とするという問題があった。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明者らは、各種の光学異性体混合物を光学分割することができる光学異性体分割剤について鋭意研究を重ねた結果、無機層状化合物の層間に、カチオン性基またはアニオン性基に結合する不斉原子を有する光学活性な有機化合物を含有してなる無機層状化合物が、各種の光学異性体混合物に対して、良好な光学異性体分割能を有することを見だし、本発明に到達した。

【0007】すなわち、本発明の目的は、各種の光学異性体混合物に対して、良好な光学異性体分割能を有する光学異性体分離剤およびその製造方法を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段およびその作用】本発明は、(A)無機層状化合物と(B)カチオン性基またはアニオン性基に結合する不斉原子を有する光学活性な有機化合物からなる光学異性体分割剤であって、該(A)無機層状化合物の層間に該(B)有機化合物を含有することを特徴とする光学異性体分割剤、および、(A)無機層状化合物に(B)カチオン性基またはアニオン性基に結合する不斉原子を有する光学活性な有機化合物をインターカレーションすることを特徴とする光学異性体分割剤の製造方法に関する。

【0009】はじめに、本発明の光学異性体分割剤について詳細に説明する。

【0010】本発明の光学異性体分割剤は、(A)成分の無機層状化合物と(B)成分のカチオン性基またはアニオン性基に結合する不斉原子を有する光学活性な有機化合物からなり、(A)成分の層間に(B)成分を含有することを特徴とする。(A)成分の無機層状化合物は、本発明の光学異性体分割剤の基材であり、その種類は特に限定されず、一般に無機層状化合物として分類される化合物であればよい。(A)成分の無機層状化合物として具体的には、モンモリロナイト、バーミキュライト、カオリナイト、ハロイサイト、ヘクトライト等の粘土鉱物、グラフ

ァイト、リン酸ジルコニウム、硫化モリブデン、硫化タンタル等の遷移金属ジカルコゲン化合物、金属リンカルコゲン化合物、次亜塩素酸鉄、次亜塩素酸バナジウム等の遷移金属オキシ塩化物；層状ケイ酸塩等のカチオン交換性の無機層状化合物が例示され、またハイドロタルサイト等のアニオン交換性の無機層状化合物が例示される。

【0011】(A)成分の性状は、特に限定されず、その形状は、粉状、粒状または板状のいずれでもよく、取扱いの容易さおよびクロマトグラフィー充填剤等の汎用性が優れることから、10～1000メッシュ(mesh)の粒径を有する粒状物であることが好ましい。また、(A)成分は、その層間に、(B)成分の有機化合物を容易にインターカレーションすることができることから、そのイオン交換容量(ion-exchange capacity)が0.1ミリ当量(meq)/g以上であることが好ましい。

【0012】(B)成分の有機化合物は、(A)成分の層間に含有されることにより、得られた無機層状化合物に良好な光学異性体分割能を付与するための成分である。(B)成分のカチオン性基またはアニオン性基に結合する不斉原子を有する光学活性な有機化合物は、光学活性を有すればその光学純度は特に限定されないが、その光学純度が高ければ、得られた光学異性体分割剤の光学異性体分割能は高くなるので、より好ましくは光学純度が90% ee (エナンチオマー過剰量: enantiomer excess: ee)以上である。また、(B)成分の種類は特に限定されない。本発明の光学異性体分割剤は、(A)成分の無機層状化合物の層間に含有する(B)成分の光学活性と同種の光学活性を有する光学異性体を選択的に光学分割することができるため、光学分割すべき光学異性体と同種の光学特性を有する(B)成分を選択することができる。

【0013】(A)成分がカチオン交換性の無機層状化合物である場合、その層間に含有する(B)成分の有機化合物としては、カチオン性基に結合する不斉原子を有する光学活性な有機化合物であることが好ましく、好ましい(B)成分の有機化合物として具体的には、(R)-1-フェニルエチルアンモニウムまたは(S)-1-フェニルエチルアンモニウム、(R)-1-トリルエチルアンモニウムまたは(S)-1-トリルエチルアンモニウム、(R)-1-ナフチルエチルアンモニウムまたは(S)-1-ナフチルエチルアンモニウム、(R)-2, 2'-ジアニオンモニウム-1, 1'-ビナフチルまたは(S)-2, 2'-ジアニオンモニウム-1, 1'-ビナフチル等の有機アンモニウム；D-フェニルグリシンメチルエステルカチオン、L-フェニルアラニンエチルエステルカチオン、L-トリプトファンメチルエステルカチオン、L-ロイシンエチルエステルカチオン、L-チロシンエチルエステルカチオン等のアミノ酸エステルカチオン；L-グルカミンカチオン、D-グルコサミンカチオン等の糖誘導体カチオン等が例示される。

【0014】また、(A)成分がアニオン交換性の無機層状化合物である場合、(B)成分の有機化合物としては、アニオン性基に結合する不斉原子を有する光学活性な有機化合物を使用することが好ましく、この好ましい(B)成分の有機化合物として具体的には、(R)-1-フェニルエチルカルボン酸アニオンまたは(S)-1-フェニルエチルカルボン酸アニオン、(R)-1-トリルエチルカルボン酸アニオンまたは(S)-1-トリルエチルカルボン酸アニオン、(R)-1-ナフチルエチルカルボン酸アニオンまたは(S)-1-ナフチルエチルカルボン酸アニオン等のカルボン酸アニオンが例示される。

【0015】次に、本発明の光学異性体分割剤の製造方法について詳細に説明する。

【0016】本発明の製造方法は、(A)無機層状化合物に(B)カチオン性基またはアニオン性基に結合する不斉原子を有する光学活性な有機化合物をインターカレーションすることを特徴とする。

【0017】本発明の製造方法で使用される、(A)成分の無機層状化合物は、特に限定されず、一般に無機層状化合物として分類される化合物であればよく、このような(A)成分の無機層状化合物として具体的には、モンモリロナイト、バーミキュライト、カオリナイト、ハロイサイト、ヘクトライト等の粘土鉱物；グラファイト、リン酸ジルコニウム、硫化モリブデン、硫化タンタル等の遷移金属ジカルコゲン化合物、金属リンカルコゲン化合物、次亜塩素酸鉄、次亜塩素酸バナジウム等の遷移金属オキシ塩化物；層状ケイ酸等のカチオン交換性の無機層状化合物が例示され、またハイドロタルサイト等のアニオン交換性の無機層状化合物が例示される。

【0018】また、本発明の製造方法で使用される、(B)成分の有機化合物は、カチオン性基またはアニオン性基に結合する不斉原子を有する光学活性な有機化合物であれば特に限定されず、このような(B)成分の有機化合物として具体的には、(R)-1-フェニルエチルアミン塩酸塩または(S)-1-フェニルエチルアミン塩酸塩、(R)-1-トリルエチルアミン臭素酸塩または(S)-1-トリルエチルアミン臭素酸塩、(R)-1-ナフチルエチルアミン塩酸塩または(S)-1-ナフチルエチルアミン塩酸塩、(R)-2, 2'-ジアミノ-1, 1'-ビナフチル塩酸塩または(S)-2, 2'-ジアミノ-1, 1'-ビナフチル塩酸塩等の有機アンモニウム塩、D-フェニルグリシンメチルエステル塩酸塩、L-フェニルアラニンエチルエステル塩酸塩、L-トリプトファンメチルエステル塩酸塩、L-ロイシンエチルエステル塩酸塩、L-チロシンエチルエステル塩酸塩等のアミノ酸エステル塩酸塩；L-グルカミン塩酸塩、D-グルコサミン塩酸塩等の糖誘導体等が例示される。

【0019】本発明の製造方法において、(A)成分と(B)

成分との仕込量は特に限定されず、(B)成分の仕込量は、(A)成分のイオン交換量以上となる量であることが好ましい。また、本発明の製造方法において、(A)成分の粒径は、取扱い易さおよびクロマトグラフィー充填剤等の汎用性が優れることから、10～1000メッシュ(mesh)の粒径を有する粒状物であることが好ましい。また、(A)成分の層間に(B)成分を容易にインターカレーションすることができることから、(A)成分のイオン交換容量(ion-exchange capacity)が0.1ミリ当量(meq)/g以上であることが好ましい。

【0020】本発明の製造方法において、(A)成分に(B)成分をインターカレーションする方法としては、例えば、(A)成分の無機層状化合物を極性溶媒に分散させ、次いで、これに(B)成分を加えて反応させる方法、(A)成分の無機層状化合物と(B)成分の有機化合物を無溶媒下で反応させる方法が挙げられる。本発明の製造方法において、使用できる極性溶媒の種類は特に限定されず、このような極性溶媒として具体的には、水；メタノール、エタノール、i-プロピルアルコール、n-プロピルアルコール、t-ブチルアルコール、n-ブチルアルコール、ジエチレングリコール、グリセリン等のアルコール系溶媒；アセトニトリル、ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシドが例示される。

【0021】また、本発明の製造方法において、反応時間は特に限定されず、(A)成分の無機層状化合物の層間に(B)成分の有機化合物が飽和状態となるまで反応することが好ましい。本発明の製造方法において、反応の進行は、未反応の(B)成分の濃度を測定する方法や、本発明の光学異性体分割剤において、層間の底面距離を測定することにより確認することができる。また、反応温度は特に限定されず、好ましくは、室温～150℃の範囲であり、(A)成分の無機層状化合物に(B)成分の有機化合物をインターカレーションする反応を促進するため、機械的攪拌はもとより、反応系を超音波照射したり、マイクロウェーブ照射することも可能である。また、本発明の製造方法において、(A)成分の無機層状化合物の層間に(B)成分以外の有機化合物をインターカレーションし、次いで、これに(B)成分の有機化合物をインターカレーションすることもできる。

【0022】本発明の光学異性体分割剤は、(A)成分の層間に光学活性な(B)成分の有機化合物を含有することを特徴とするので、(B)成分として、天然に存在する光学活性な有機化合物や容易に不斉合成される有機化合物を使用することができる。また、このようにして得られた本発明の光学異性体分割剤は、各種の光学異性体混合物を効率よく光学分割することができる。本発明の光学異性体分割剤により光学分割される光学異性体としては、特に限定されず、このような光学異性体として、1-フェニルエチルアミン、1-アミノ-3-メチルヘキサン等のアミン類；1-フェニルエチルアルコール、

3, 7-ジメチルオクタン-1-オール、3-メチルシクロヘキサノール等のアルコール類；その他ジオール類、ケトン類、アミノ酸類、単糖類等が挙げられる。

【0023】また、本発明の光学異性体分割剤は、例えば、バッチ法による光学異性体混合物の光学分割：本発明の光学異性体分割剤と光学異性体混合物の有機溶液を混合攪拌し、光学異性体分割剤をろ過する方法；クロマトグラフィー法による光学異性体混合物の光学分割：本発明の光学異性体分割剤をカラムに均一に充填し、次いで、これをガスクロマトグラフィーまたは液体クロマトグラフィー装置に接続し、光学異性体混合物を光学分割する方法等に適用することができる。このようにして、本発明の光学異性体分割剤により、いずれか一方の光学異性体が選択的に層状化合物に取り込むことにより、他方の光学異性体の光学純度を向上することができる。

【0024】本発明の光学異性体分割剤を実施例により詳細に説明する。

【0025】

【実施例1】200mlの3角フラスコに、粒度が約100メッシュ(mesh)以下であり、カチオン交換量が約0.88ミリ当量(meq)/gであるナトリウムヘクトライト5.0gを投入し、イオン交換水約100mlを加え、室温で約12時間攪拌した。この分散液が均一であることを確認し、次いで、光学純度99% eeの(R)-1-フェニルエチルアミン塩酸塩0.63gの5ml水溶液を投入し、約3時間よく攪拌した。その後、反応液を濾紙を用いて吸引濾過し、未反応の(R)-1-フェニルエチルアミン塩酸塩およびヘクトライト表面に物理吸着している(R)-1-フェニルエチルアミン塩酸塩を除くため、それぞれ100～200mlのイオン交換水、エタノールで洗浄した。その後、処理ヘクトライトをシリカゲルの入ったデシケーター中に入れ、室温で一晩減圧乾燥して、本発明の光学異性体分割剤を調製した。

【0026】この光学異性体分割剤の元素分析値は、炭素4.29%、窒素0.51%であった。また、この光学異性体分割剤のX線回折により、底面間隔は1.48nmであり、原料のナトリウムヘクトライトの底面間隔1.23nmより大きくなっており、カチオン交換によりヘクトライトの層間に(R)-1-フェニルエチルアンモニウムが含有していることが確認された。

【0027】次ぎに、バッチ法により、この光学異性体分割剤の光学異性体分割能を評価した。評価方法は、次の通りである。約15mlのサンプル瓶に、この光学異性体分割剤1.15gをとり、そこにエナンチオマー過剰量(enantiomer excess; ee)がS体として1.9% eeである(R, S)-1-フェニルエチルアミンの光学異性体混合物2.75×10⁻²mol/リットルの濃度のシクロヘキサン溶液6.00gを添加し、室温で5分攪拌混合した。濾過により光学異性体分割剤を除き、濾

液のエナンチオマー過剰量を測定したところ、R体の光学純度が56.3% eeであった。エナンチオマー過剰量の測定は、ガスクロマトグラフィー（カラム：Chrompack CP-Cyclodex β 236M 50m \times 0.25mm）で測定を行った。

【0028】

【実施例2】200mlの三角フラスコに、粒度が約100メッシュ（mesh）以下であり、カチオン交換量が約0.88ミリ当量（meq）/gであるナトリウムヘクトライト5.0gを投入し、イオン交換水約100mlを加え、室温で約12時間攪拌した。この分散液が均一であることを確認し、次いで、光学純度が99% eeの

（S）-1-ナフチルエチルアミン塩酸塩0.83gの5ml水溶液を投入し、約3時間攪拌した。その後、反応液を濾紙を用いて吸引濾過し、未反応の（S）-1-ナフチルエチルアミン塩酸塩およびヘクトライト表面に物理吸着している（S）-1-ナフチルエチルアミン塩酸塩を除くため、それぞれ100~200mlのイオン交換水、エタノールで洗浄した。その後、処理ヘクトライトをシリカゲルの入ったデシケーター中に入れ、室温で一晩減圧乾燥して、本発明の光学異性体分割剤を調製した。

【0029】この光学異性体分割剤の元素分析値は、炭素6.40%、窒素0.64%であった。また、この光学異性体分割剤のX線回折により、その底面間隔は1.62nmであり、原料のナトリウムヘクトライトの底面間隔1.23nmより大きくなっており、カチオン交換によりヘクトライトの層間に（S）-1-ナフチルエチルアンモニウムが含有していることが確認された。

【0030】次ぎに、バッチ法により、この光学異性体分割剤の光学分割能を評価した。評価方法は次の通りである。15mlのサンプル瓶に、この光学異性体分割剤1.15gをとり、そこにエナンチオマー過剰量（enantiomer excess；ee）がS体として1.9% eeである（R，S）-1-フェニルエチルアミンの光学異性体混合物 2.75×10^{-2} mol/リットルの濃度のシクロヘキサン溶液6.00gを添加し、室温で5分攪拌混合した。濾過により光学異性体分割剤を除き、濾液のエナンチオマー過剰量を測定したところ、S体の光学純度が74.0% eeであった。エナンチオマー過剰量の測定はガスクロマトグラフィー（カラム：Chrompack CP-Cyclodex β 236M 50m \times 0.25mm）で測定を行った。

【0031】

【実施例3】200mlの三角フラスコに、粒度が約80メッシュ（mesh）以下であり、カチオン交換量が約6.27ミリ当量（meq）/gである γ -リン酸ジルコニウム5.0gを投入し、イオン交換水約100mlを加え、室温で約12時間攪拌した。この分散液が均一であることを確認し、次いで、光学純度99% eeの（R）-1-フェニルエチルアミン塩酸塩5.0gを投入し、超

音波照射下、3時間反応を行った。その後、反応液を濾紙を用いて吸引濾過し、未反応の（R）-1-フェニルエチルアミン塩酸塩およびヘクトライト表面に物理吸着している（R）-1-フェニルエチルアミン塩酸塩を除くため、それぞれ100~200mlのイオン交換水、エタノールで洗浄した。その後、処理 γ -リン酸ジルコニウムをシリカゲルの入ったデシケーター中に入れ、室温で一晩減圧乾燥して、本発明の光学異性体分割剤を調製した。

10 【0032】この光学異性体分割剤の元素分析値は、炭素9.20%、窒素1.09%であった。また、この光学異性体分割剤のX線回折により、その底面間隔は1.83nmであり、原料である γ -リン酸ジルコニウムの底面間隔1.17nmより大きくなっており、カチオン交換により、 γ -リン酸ジルコニウムの層間に（R）-1-フェニルエチルアンモニウムが含有していることが確認された。

20 【0033】次ぎに、液体クロマトグラフィーにより、この光学異性体分割剤の光学異性体分割能を評価した。評価方法は次の通りである。内径4.0mm、長さ15cmのステンレス製カラムに、この光学異性体分割剤を充填し、検出器に紫外吸収分光光度計を用い、5%イソプロパノールヘキサン溶液を展開溶媒として、（R，S）-1-フェニルエチルアルコール（R体0.6% ee）からなる光学異性体混合物を光学分割したところ、分離係数1.03で分離することができた。分割操作後の溶液はS体48.3% eeであった。

【0034】

30 【実施例4】200mlの三角フラスコに、粒度が約100メッシュ（mesh）以下であり、アニオン交換量が約1.60ミリ当量（meq）/gであるハイドロタルサイト5.0gを投入し、イオン交換水約100mlを加え、室温で約12時間攪拌した。この分散液が均一であることを確認し、次いで、光学純度が99% ee以上の（R）-1-フェニルプロピオン酸ナトリウム5gを投入し、温度80℃で、3時間反応を行った。その後、反応液を濾紙を用いて吸引濾過し、未反応の（R）-1-フェニルプロピオン酸ナトリウムおよびハイドロタルサイト表面に物理吸着している（R）-1-フェニルプロピオン酸ナトリウムを除くため、それぞれ100~200mlのイオン交換水、エタノールで洗浄した。その後、処理ハイドロタルサイトをシリカゲルの入ったデシケーター中に入れ、室温で一晩減圧乾燥して、本発明の光学異性体分割剤を調製した。

40 【0035】この光学異性体分割剤の元素分析値は、炭素18.31%、窒素2.13%であった。また、この光学異性体分割剤のX線回折により、その底面間隔は1.42nmであり、原料であるハイドロタルサイトの底面間隔0.80nmより大きくなっており、アニオン交換により、ハイドロタルサイトの層間に（R）-1-

フェニルプロピオン酸アニオンが含有していることが確認された。

【0036】次ぎに、バッチ法により、この光学異性体分割剤の光学分割能を評価した。評価方法は次の通りである。15mlのサンプル瓶に、この光学異性体分割剤1.15gをとり、そこにエナンチオマー過剰量(enantiomer excess; ee)がR体として0.6% eeである(R, S)-1-フェニルエチルアルコールの光学異性体混合物2.75×10⁻²mol/リットルの濃度のシクロヘキサン溶液6.00gを添加し、室温で5分攪拌混合した。濾過により光学異性体分割剤を除き、濾液のエナンチオマー過剰量を測定したところ、R体の光学純度が78.3% eeであった。エナンチオマー過剰量の測定はガスクロマトグラフィー(カラム; Chrompack CP-Cyclodex β 236M, 50m×0.25mm)で測定を行った。

【0037】

【比較例1】200mlの3角フラスコに、粒度が約100メッシュ(mesh)以下であり、カチオン交換量が約0.88ミリ当量(meq)/gであるナトリウムヘクトライト5.0gを投入し、イオン交換水約100mlを加え、室温で約12時間攪拌した。この分散液が均一であることを確認し、次いで、光学純度99% eeの2-フェニルエチルアミン塩酸塩1.00gを投入し、温度80℃で、3時間反応を行った。その後、反応液を濾紙を用いて吸引濾過し、未反応の2-フェニルエチルアミン塩酸塩およびヘクトライト表面に物理吸着している2-フェニルエチルアミン塩酸塩を除くため、それぞれ100~200mlのイオン交換水、エタノールで洗浄した。その後、処理ヘクトライトをシリカゲルの入ったデシケーター中に入れ、室温で一晩減圧乾燥して、処理ヘクトライトを調製した。

【0038】この処理ヘクトライトの元素分析値は、炭素4.33%、窒素0.56%であった。また、この処理ヘクトライトのX線回折により、その底面間隔は1.53nmであり、原料のナトリウムヘクトライトの底面間隔1.23nmより大きくなっており、カチオン交換により、ヘクトライトの層間に2-フェニルエチルアミン

塩酸塩が含有していることが確認された。

【0039】次ぎに、バッチ法により、この処理ヘクトライトの光学異性体分割能を評価した。評価方法は次の通りである。15mlのサンプル瓶に、この処理ヘクトライト1.15gをとり、そこにエナンチオマー過剰量(enantiomer excess; ee)がS体として1.9% eeである(R, S)-1-フェニルエチルアミンの光学異性体混合物2.75×10⁻²mol/リットルの濃度のシクロヘキサン溶液6.00gを添加し、室温で5分攪拌混合した。濾過により処理ヘクトライトを除き、濾液のエナンチオマー過剰量を測定したところ、S体の光学純度が1.9% eeであり、この処理ヘクトライトの光学分割能がないことが確認された。エナンチオマー過剰量の測定はガスクロマトグラフィー(カラム; Chrompack CP-Cyclodex β 236M, 50m×0.25mm)で測定を行った。

【0040】

【発明の効果】本発明の光学異性体分割剤は、(A)成分の無機層状化合物の層間に(B)成分の有機化合物を含有しているので、各種の光学異性体混合物に対して、良好な光学異性体分割能を有し、また本発明の製造方法は、このような本発明の新規な光学異性体分割剤を製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の光学異性体分割剤の評価に使用した、(R, S)-1-フェニルエチルアミンのガスクロマトグラフチャートである。

【図2】実施例1で調製した光学異性体分割剤により光学分割して得られた濾液のガスクロマトグラフチャートである。

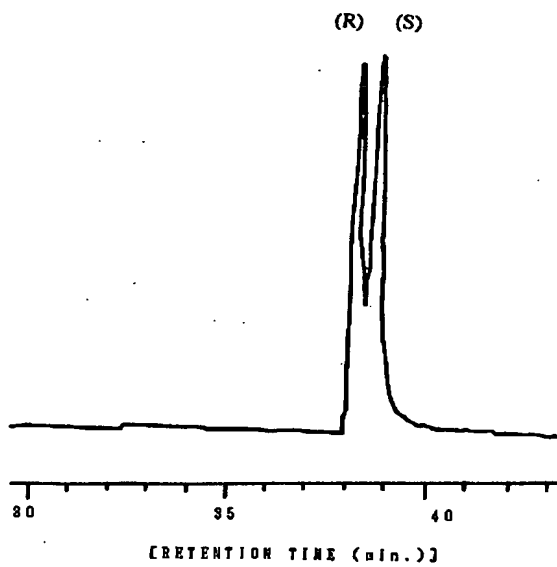
【図3】実施例2で調製した光学異性体分割剤により光学分割して得られた濾液のガスクロマトグラフチャートである。

【符号の説明】

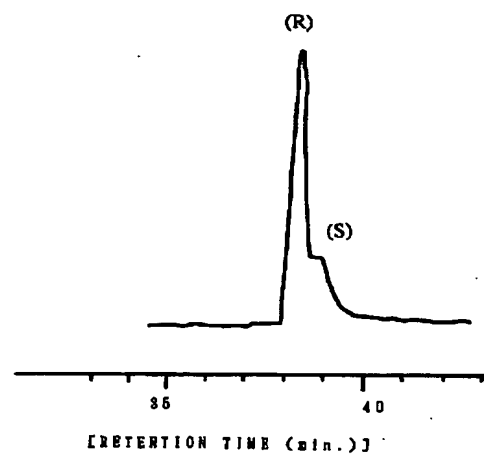
(R)：(R)-1-フェニルエチルアミンのピーク

(S)：(S)-1-フェニルエチルアミンのピーク

【図1】



【図2】



【図3】

